

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-219825

(43)Date of publication of application : 08.08.2000

(51)Int.Cl.

C09D 5/03
C09D163/00
C09D183/04

(21)Application number : 11-024001

(71)Applicant : KURIMOTO LTD
DAINIPPON TORYO CO LTD

(22)Date of filing : 01.02.1999

(72)Inventor : MICHIOURA YOSHISADA
SAITO MASAHIKO
DEGUCHI TAKAAKI
HANANO KAZUHITO
MASUDA SHO
NAGAO TETSUO
IKEDA TOSHIKAZU
NAKAI SUSUMU

(54) POWDER COATING MATERIAL COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a powder coating material composition without causing the deterioration of adhesive strength due to permeation of water to a substrate-coating film interface.

SOLUTION: This composition contains 100 pts.wt. powder coating material of a bisphenol type epoxy resin, e.g. a bisphenol A type or a bisphenol F type and 1-200 pts.wt. of a silicone resin having monomethylpolysiloxane as a main skeleton.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.11.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 15.07.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2002-15507

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 13.08.2002

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-219825
(P2000-219825A)

(43) 公開日 平成12年8月8日(2000.8.8)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト*(参考)
C 0 9 D 5/03		C 0 9 D 5/03	4 J 0 3 8
163/00		163/00	
183/04		183/04	

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平11-24001

(22) 出願日 平成11年2月1日(1999.2.1)

(71) 出願人 000142595

株式会社栗本鐵工所

大阪府大阪市西区北堀江1丁目12番19号

(71) 出願人 000003322

大日本塗料株式会社

大阪府大阪市此花区西九条6丁目1番124号

(72) 発明者 道浦 吉貞

大阪府大阪市西区北堀江1-12-19 株式会社栗本鐵工所内

(74) 代理人 100065385

弁理士 山下 義平 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉体塗料組成物

(57) 【要約】

【課題】 基材-塗膜界面への水分の浸透による付着力の低下が起きない粉体塗料組成物を提供する。

【解決手段】 ビスフェノール型エポキシ樹脂を含む粉体塗料100重量部と、モノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂1~200重量部を含有する粉体塗料組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ビスフェノール型エポキシ樹脂を含む粉体塗料100重量部と、モノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂1〜200重量部を含有することを特徴とする粉体塗料組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉体塗料組成物に関し、詳しくは、塗膜性能に優れ、しかも長期にわたり撥水性及びバリア効果を発揮する塗膜を形成することができる粉体塗料組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】エポキシ樹脂はその金属基材に対する付着性、反応性の良さから主に屋内用途の塗料に使用されてきた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、ビスフェノール型エポキシ樹脂はその樹脂自体が持つ吸水性から特に60℃以上の温水に長期にわたり浸漬された場合、基材-塗膜界面への水分の浸透による付着力の低下が問題となっていた。

【0004】本発明の目的は、基材-塗膜界面への水分の浸透による付着力の低下が起きない粉体塗料組成物を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは鋭意検討を行った結果、ビスフェノール型エポキシ樹脂塗料を含む粉体塗料に対しモノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂を添加することにより塗膜形成時、ビスフェノール型エポキシ塗膜の表層にシリコン樹脂がブリードアウトし撥水性に富む塗膜を形成し、温水浸漬下での水分の浸透を防止することを見だし、本発明を完成した。

【0006】即ち、本発明の粉体塗料組成物は、ビスフェノール型エポキシ樹脂を含む粉体塗料100重量部と、モノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂1〜200重量部を含有することを特徴とする。

【0007】

【発明の実施の形態】以下に、本発明を詳細に説明する。

【0008】ビスフェノール型エポキシ樹脂としては、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールS型等のエポキシ樹脂が挙げられる。この中でも、コスト面と性能のバランスからビスフェノールA、ビスフェノールFが好適である。粉体塗料として使用するためには、軟化点が30℃〜160℃であることが好ましく、50℃〜150℃であることがより好ましく、60℃〜150℃であることが特に好ましい。軟化点が30℃未満であると常温で固体を維持することが難しく、粉体塗料の用途には好ましくない。また、軟化点が160℃を

越えると溶融混練時の温度が反応温度以上となり、塗膜性能に深刻な影響を及ぼすので好ましくない。また、相転移温度は20℃以上であることが好ましく、30℃以上であることがより好ましく、40℃以上であることが特に好ましい。相転移温度が20℃未満であると常温で保管する際、ブロッキング等の粉体性状の悪化があるため好ましくない。なお、これらのビスフェノール型エポキシ樹脂は、公知の合成方法により合成することができる。

【0009】ビスフェノール型エポキシ樹脂の硬化剤としては、ジアミノジフェニルメタン（DDM）のような芳香族ジアミン、脂肪族アミンと脂肪族ジカルボン酸の縮合物、ポリアミドアミン、ジシアンジアミド、イミダゾール等のアミン系硬化剤、無水テトラヒドロフタル酸、無水ベンゾフェノンテトラカルボン酸、無水トリメリット酸、無水ピロメリット酸、トリメリット酸エチレングリコールの縮合物のような酸無水物類、デカンジカルボン酸、イソフタル酸、酸末端ポリエステル樹脂のような酸系硬化剤、3弗化硼素金属錯体等のルイス酸金属錯体類、平均で1分子当たりフェノール性水酸基を1.5個以上有するフェノール系硬化剤等が挙げられる。

【0010】また、本発明で用いる粉体塗料には、前記エポキシ樹脂、硬化剤に加えて、顔料、その他の添加剤を含むことができる。

【0011】顔料としては、通常塗料に用いられる顔料が使用できる。例えば、着色顔料としては酸化チタン、ベンガラ、酸化鉄、キナクリドン、カーボンブラック、アゾ化合物、ジオキサジン、インダンスレンブルー、フタロシアニンの金属錯体、その他金属塩を主とするものが列挙できる。体質顔料としては硫酸バリウム、二酸化シリコン、タルク、炭酸カルシウム、チタン酸カリウム、ウヰスカ、ホウ酸アルミニウムウヰスカ、ウォラストナイト、酸化アルミニウム、アスベスト、セラミックパウダー等が列挙できる。また、ストロンチウムクロメート、カルシウムやストロンチウムといった金属をドーピングしたヒドロキシアパタイト等の防錆顔料も使用可能である。

【0012】本発明で使用される添加剤としては、レベリング剤、ワックス、脱泡剤、難燃剤、酸化防止剤、UVアブソーバー等が普通に使用できる。変成剤としては、熱可塑性樹脂、例えば石油樹脂、尿素アルデヒド樹脂、テルペン、ポリオレフィン等が挙げられる。

【0013】前記エポキシ樹脂100重量部に対し、好ましくは硬化剤0.5〜100重量部、顔料0〜100重量部、添加剤0.1〜20重量部を常温で混合した後、1軸、2軸押し出し機等の粉体塗料製造に常用される混練機を用い、混練する。混練して形成されたペレットをピンミル等の粉碎機を用いて粉碎を行い、篩い等を用いて任意の粒度分布に調整して粉体塗料を得る。

【0014】ブリードアウトを行わせるためのシリコン

樹脂はモノメチルポリシロキサンを主骨格とするものを用いる。シリコン樹脂の分子量は1万以上、好ましくは11000以上、更に好ましくは12000以上である。樹脂の変性としては構成単位モノメチルシロキサンをジメチル、トリメチルにしたり、またはエーテル変性、エステル変性を行うことにより塗料混合物中から塗膜表層への移行速度を調整することができる。

【0015】このシリコン樹脂を前記ビスフェノール型エポキシ樹脂を含む粉体塗料100重量部に対し1~200重量部、好ましくは5~150重量部、更に好ましくは10~100重量部配合する。1重量部未満であると塗膜表層への移行量が少なく、ビスフェノール型エポキシ樹脂粉体塗料塗膜上に完全に覆ったシリコン膜を形成できない。逆に200重量部を越えると塗膜表層への移行は行われるがシリコンリッチとなり過ぎ、本来のエポキシ樹脂塗膜としての物理性能が発揮できない。

【0016】これらの材料をミキサーで混合した後押し出し機を用いて溶融混練を行い、得られた塗料ペレットを粉砕機で粉砕し、分級を行い任意の粒度分布に調整して本発明の粉体塗料組成物を得る。

【0017】本発明の粉体塗料組成物は通常の粉体塗料の成膜方法で塗膜を形成することが可能で、成膜反応の際、シリコン樹脂がビスフェノール型エポキシ樹脂粉体塗膜表面に移行し優れた撥水性、バリア効果に富む塗膜を形成することができる。

【0018】

【実施例】本発明を更に詳細に説明するために実施例を掲載する。実施例中、部は重量部を表す。

【0019】（実施例1）エポキシ当量915g/eq、軟化点100℃のビスフェノールA型エポキシ樹脂（大日本インキ化学工業社製；エピクロン4050）60部に2-フェニルイミダゾリンを2.5部、添加剤としてアクリルエステルオリゴマー（BYK社製；BYK360P）1.0部、酸化チタン36.5部を添加し、更にモノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂（Wacker社製；Silres 610 分子量12,000）100部を添加して粉体塗料組成物Aを作成した。

【0020】（実施例2）エポキシ当量800g/eq、軟化点85℃のビスフェノールF型エポキシ樹脂（東都化成社製；エポトートYDF-803）40部にフェノール性水酸基当量400g/eqのビスフェノールF型末端フェノール化樹脂22部、触媒としてプロピルイミダゾール0.2部、添加剤としてアクリルエステルオリゴマー（BYK社製；BYK360P）1.0部、体質顔料として2酸化珪素25部、酸化チタン10部、カーボンブラック0.8部を添加し、更にモノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂（Wacker社製；Silres 610 分子量12,000）10部を添加して粉体塗料組成物Bを作成した。

【0021】（比較例1）エポキシ当量915g/eqのビ

スフェノールA型エポキシ樹脂（大日本インキ化学工業社製；エピクロン4050）60部に2-フェニルイミダゾリン2.5部、添加剤としてアクリルエステルオリゴマー（BYK社製；BYK360P）1.0部、酸化チタン36.5部を添加して粉体塗料組成物Cを作成した。

【0022】（比較例2）エポキシ当量915g/eqのビスフェノールA型エポキシ樹脂（大日本インキ化学工業社製；エピクロン4050）60部に2-フェニルイミダゾリン2.5部、添加剤としてアクリルエステルオリゴマー（BYK社製；BYK360P）1.0部、酸化チタン36.5部を添加し、更にモノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂（Wacker社製；Silres 610 分子量12,000）300部を添加して粉体塗料組成物Dを作成した。

【0023】作成した粉体塗料組成物A~DについてランズバーグインダストリPG-1型塗装機を用い、3.2mm厚のサンドブラスト処理鋼板に-80kVの静電圧で100μmになるよう塗装を行い、180℃に加温した高温機中で20分間加熱を行って塗膜を形成した。

【0024】得られた塗膜について以下の評価を行った。結果を表1に示す。

【0025】＜塗膜の表面状態＞目視判定。

【0026】＜耐衝撃性＞JIS 5400 8.3準拠 ポンチ径1/2インチ おもり重量500g落下高さ。

【0027】＜貯蔵安定性＞塗料を40℃の恒温機中で1週間放置しその後塗装焼付を行い、得られた塗膜を目視判定した。

【0028】＜撥水性＞各塗料で形成した塗膜の表面粗度が+2μmに入る箇所において、水の接触角により撥水性の比較を行った。

【0029】＜残留塩素消費量＞ガラス板に70×120mmの面積で各塗料を塗装し、180℃20分間加熱して塗膜を形成した塗板を、1.2mg/Lに塩素濃度を調整した水中に500cm²/Lの接水面積比になるように投入し23℃の恒温室中に1週間放置した。1週間後、各塗板を入れた水にオートリジンで呈色試験しその水の塩素濃度を測定し、塗板を入れない供試水の自然揮散した塩素量を差し引いたものが塗膜に吸収した塩素量と判断しこれを比較した。

【0030】＜温度勾配試験＞厚さ2.3mmの熱間圧延鋼板をサンドブラスト処理したものに粉体塗料組成物A~Dを鉄板の片面だけに230±30μmとなるよう塗装焼付を行い、何も塗装されていない面に防錆塗料を20μm以下になるよう塗装を行った。作成した塗板の粉体塗料塗膜側を50℃、防錆塗料側を25℃に調整したときのプリスター発生までの時間を計測した。

【0031】

【表 1】

表 1

	実 施 例		比 較 例	
	1	2	1	2
塗料の種類	粉体塗料組成物 A	粉体塗料組成物 B	粉体塗料組成物 C	粉体塗料組成物 D
塗膜の表面状態	良好	良好	良好	良好
耐衝撃性	50 cm	50 cm	50 cm	20 cm
貯蔵安定性	良好	良好	良好	良好
撥水性	130度	134度	84度	132度
残留塩素消費量	0.4 mg	0.35 mg	0.7 mg	0.37 mg
温度勾配試験	360時間	340時間	240時間	360時間

本発明の粉体塗料組成物を用いた実施例 1 及び 2 は、全ての試験において良好な結果を示した。これに対して、モノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂を含まない比較例 1 は、撥水性、残留塩素消費量、温度勾配試験において不良であった。また、モノメチルポリシロキサンを主骨格とするシリコン樹脂を過剰に含んだ

比較例 2 は、耐衝撃性が不良であった。

【0032】

【発明の効果】本発明の粉体塗料組成物は、粉体塗料の持つ優れた塗膜性能を維持しながら塗膜表層に長期にわたり撥水性並びにバリア効果を発揮する層を形成することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 齊藤 昌彦
大阪府大阪市西区北堀江 1-12-19 株式
会社栗本鐵工所内
(72)発明者 出口 隆亮
大阪府大阪市西区北堀江 1-12-19 株式
会社栗本鐵工所内
(72)発明者 花野 一仁
大阪府大阪市西区北堀江 1-12-19 株式
会社栗本鐵工所内

(72)発明者 増田 祥
愛知県岩倉市本町畑中 58-102
(72)発明者 長尾 徹夫
愛知県春日市高座台 1 丁目 5-8
(72)発明者 池田 俊和
岐阜県可児市愛岐ヶ丘 5-45
(72)発明者 中井 進
大阪府貝塚市半田 309-7
Fターム(参考) 4J038 DB061 DL032 MA02 NA07